

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-239688

(43)Date of publication of application : 27.08.2002

(51)Int.Cl.

B22D 11/06  
C22C 38/00  
C22C 38/28  
H01F 1/053  
// C22C 45/02

(21)Application number : 2001-032628

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS  
CO LTD

(22)Date of filing : 08.02.2001

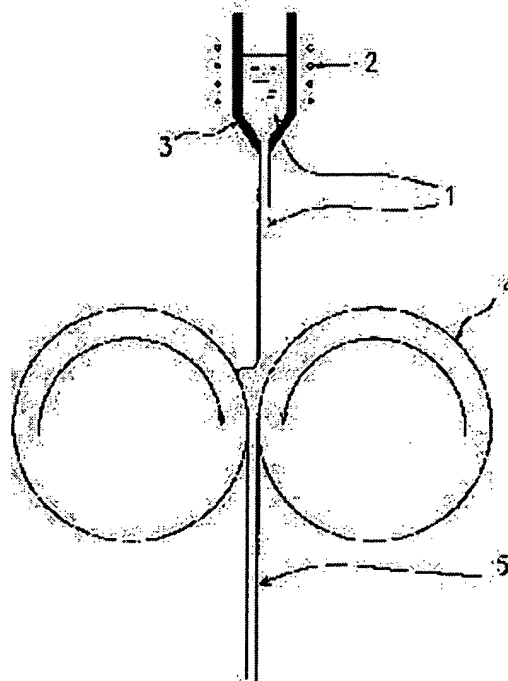
(72)Inventor : KANEKIYO HIROKAZU  
HIROZAWA SATORU

(54) THIN SHEET-SHAPED MAGNET ALLOY AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a thin sheet-shaped fully dense magnet having an average thickness of 100 to 300  $\mu\text{m}$  in a state under no application of machining and polishing.

SOLUTION: The molten metal of an alloy expressed by the compositional formula of  $(\text{Fe}_{1-m}\text{Tm})_{100-x-y-z}\text{QxRyMz}$  (T is one or more kinds of elements selected from the group consisting of Co and Ni; Q is one or more kinds of elements selected from the group consisting of B and C; R is one or more kinds of elements selected from the group consisting of Y (yttrium) and rare earth metals; and M is one or more kinds of elements selected from Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au and Pb) and in which the compositional ratios of (x), (y), (z) and (m) respectively satisfy, by the atom ratio,  $10 \leq x \leq 30\%$ ,  $2 \leq y \leq 15\%$ ,  $0 \leq z \leq 10\%$ , and  $0 \leq m \leq 0.5\%$  is prepared. Next, the molten metal is solidified under a reduced pressure by a twin roll rapid cooling method to produce a rapidly cooled alloy having a thickness of 100 to  $<300 \mu\text{m}$ .



BEST AVAILABLE COPY

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-239688

(P2002-239688A)

(43) 公開日 平成14年8月27日 (2002.8.27)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード(参考)
B 2 2 D 11/06	3 6 0	B 2 2 D 11/06	3 6 0 C 4 E 0 0 4
C 2 2 C 38/00	3 0 3	C 2 2 C 38/00	3 0 3 D 5 E 0 4 0
	38/28	38/28	
H 0 1 F 1/053		45/02	A
// C 2 2 C 45/02		H 0 1 F 1/04	H
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-32628(P2001-32628)

(22) 出願日 平成13年2月8日 (2001.2.8)

(71) 出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(72) 発明者 金清 裕和

大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号

住友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 広沢 哲

大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号

住友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74) 代理人 100101683

弁理士 奥田 誠司

Fターム(参考) 4E004 DB03 TA03 TB02 TB04

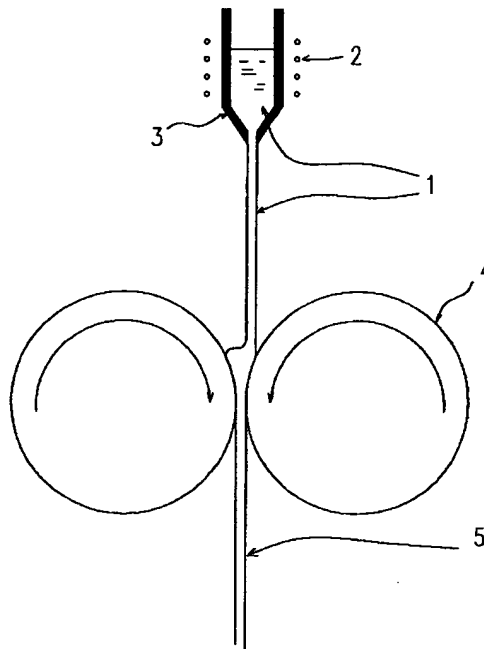
5E040 AA03 CA01 NN01

(54) 【発明の名称】 薄板状磁石合金およびその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 切削や研磨加工を施さない状態で平均厚さが100μm～300μmとなる薄板状フルデンス磁石を提供する。

【解決手段】 組成式が  $(\text{Fe}_{1-x}\text{T}_x)_{100-x-y-z}\text{Q}_y\text{R}_z\text{M}_m$  (TはCoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素、QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素、RはY(イットリウム)および希土類金属からなる群から選択された1種以上の元素、Mは、Al、Si、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ga、Zr、Nb、Mo、Ag、Hf、Ta、W、Pt、Au、およびPbからなる群から選択された1種以上の元素) で表現され、組成比率x、y、z、およびmが、それぞれ、 $10 \leq x \leq 30$  原子%、 $2 \leq y \leq 15$  原子%、 $0 \leq z \leq 10$  原子%、および  $0 \leq m \leq 0.5$  を満足する合金の溶湯を用意する。次に減圧下で上記溶湯を双ロール急冷法によって凝固させ、厚さ100μm以上300μm未満の急冷合金を作製する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 組成式が  $(\text{Fe}_{1-x}\text{T}_x)_{100-x-y-z}\text{Q}_x\text{R}_y\text{M}_z$  (TはCoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素、QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素、RはY(イットリウム)および希土類金属からなる群から選択された1種以上の元素、Mは、Al、Si、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ga、Zr、Nb、Mo、Ag、Hf、Ta、W、Pt、Au、およびPbからなる群から選択された1種以上の元素)で表現され、組成比率x、y、z、およびm

10  $10 \leq x \leq 30$  原子%、

$2 \leq y \leq 15$  原子%、

$0 \leq z \leq 10$  原子%、および

$0 \leq m \leq 0.5$ 、

を満足する合金の溶湯を用意する工程と、

前記溶湯を双ロール急冷法によって凝固させ、厚さ100  $\mu\text{m}$ 以上300  $\mu\text{m}$ 未満の急冷合金を作製する工程と、を含む急冷凝固合金の製造方法。

【請求項2】 前記合金急冷合金を作製する工程では、0.01mm以上0.2mm未満のロール間距離で配置された前記双ロールに対して前記溶湯を接触させ、それによって前記溶湯を急冷し、過冷却液体状態の急冷合金を前記双ロールの間から排出することを特徴とする請求項1に記載の急冷合金の製造方法。

【請求項3】 前記溶湯の急冷を70kPa以下の雰囲気圧下で行なうことを特徴とする請求項1または2に記載の急冷合金の製造方法。

【請求項4】 前記双ロールの回転表面速度を表面速度1m/秒以上8m/秒未満とする請求項1から3のいずれかに記載の急冷合金の製造方法。

【請求項5】 請求項1から4のいずれかに記載の急冷凝固合金の製造方法によって作製された急冷合金を用意する工程と、前記急冷合金に熱処理を施すことにより、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物、鉄、および鉄系ホウ化物相の平均結晶粒径を1nm以上150nm未満とする工程と、を含む薄板状磁石合金の製造方法。

【請求項6】 前記熱処理工程で、前記急冷合金を550℃以上850℃以下の温度で30秒以上保持することを特徴とする請求項5に記載の薄板状磁石合金の製造方法。

【請求項7】 組成式が  $(\text{Fe}_{1-x}\text{T}_x)_{100-x-y-z}\text{Q}_x\text{R}_y\text{M}_z$  (TはCoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素、QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素、RはY(イットリウム)および希土類金属からなる群から選択された1種以上の元素、Mは、Al、Si、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ga、Zr、Nb、Mo、Ag、Hf、Ta、W、Pt、Au、およびPbからなる群から選択された1種以

上の元素)で表現され、組成比率x、y、z、およびmが、それぞれ、

$10 \leq x \leq 30$  原子%、

$2 \leq y \leq 15$  原子%、

$0 \leq z \leq 10$  原子%、および

$0 \leq m \leq 0.5$ 、

を満足する薄板状磁石合金であって、

前記磁石合金の平均厚さは100  $\mu\text{m}$ 以上300  $\mu\text{m}$ 未満であり、

構成相として、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物、鉄、および鉄系ホウ化物を含み、前記構成相の平均結晶粒径が1nm以上150nm未満である薄板状磁石合金。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、腕時計などに用いられる超小型ステッピングモータのロータ、携帯電話の振動呼び出し機構、および、磁気スケールなどに利用され得る薄板状磁石合金およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】現在、家電用機器、OA機器、電装品などに用いられる永久磁石には、より一層の高性能化と小型軽量化が要求されている。このような用途に適した超小型の磁石を作製するには、大きめのサイズを有する希土類焼結磁石を作製した後、その焼結磁石をより小さなサイズへと切断・切削するか、または、希土類ボンド磁石を小さく成形して作製する必要があった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、切断や切削加工法を用いて作製した焼結磁石は性能が優れているものの、製造工程数が多いため、価格が高いという欠点を有している。また、焼結磁石の場合、加工技術の限界から、最終的な磁石製品の厚さを200  $\mu\text{m}$ 程度以下に小型化することは極めて困難である。

【0004】一方、ボンド磁石の場合、直径3mm、肉厚300  $\mu\text{m}$ 程度の扁平磁石が腕時計用の小型ステッピングモータ用永久磁石として実用化されている。ボンド磁石の製造は、通常、粒径50  $\mu\text{m}$ 〜300  $\mu\text{m}$ 程度の磁性粉末を樹脂と共に成形工することにより行なわれるため、ボンド磁石の肉厚を300  $\mu\text{m}$ よりも薄くすることは困難である。また、ボンド磁石に含まれる磁粉の割合(磁粉充填率)は約80%程度である。このため、ボンド磁石の残留磁化は、磁性粉末が本来持っている残留磁化の80%程度にし過ぎない。

【0005】特開平10-317109号公報は、単ロール急冷法を用いて10  $\mu\text{m}$ 以上100  $\mu\text{m}$ 以下の厚さを有する永久磁石の作製方法を開示している。この方法によれば、厚さ100  $\mu\text{m}$ 以下の薄い磁石合金を作製することができ、作製される磁石合金は樹脂成分を含まないフルデンス磁石であるため、高い性能を発揮する。

【0006】しかし、上記方法によって厚さ100  $\mu\text{m}$

を超えるような薄板状磁石合金を作製しようとする、良好な硬磁気特性を発現させるために必要な均一微細結晶組織（平均結晶粒径100nm以下）を持つ急冷合金を作製することができないという問題があった。

【0007】本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、切削や研磨加工を施さない状態での平均厚さが100 $\mu$ m～300 $\mu$ mとなり、しかも、樹脂などを含まない高性能のフルデンス磁石を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明による急冷凝固合金の製造方法は、組成式が $(\text{Fe}_{1-x}\text{T}_x)_{100-x-y-z}\text{Q}_x\text{R}_y\text{M}_z$ （TはCoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素、QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素、RはY（イットリウム）および希土類金属からなる群から選択された1種以上の元素、Mは、Al、Si、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ga、Zr、Nb、Mo、Ag、Hf、Ta、W、Pt、Au、およびPbからなる群から選択された1種以上の元素）で表現され、組成比率x、y、z、およびmが、それぞれ、

10  $0 \leq x \leq 30$  原子%、

2  $2 \leq y \leq 15$  原子%、

0  $0 \leq z \leq 10$  原子%、および

0  $0 \leq m \leq 0.5$ 、

を満足する合金の溶湯を用意する工程と、前記溶湯を双ロール急冷法によって凝固させ、厚さ100 $\mu$ m以上300 $\mu$ m未満の急冷合金を作製する工程と、を含む。

【0009】好ましい実施形態において、前記合金急冷合金を作製する工程は、0.01mm以上0.2mm未満のロール間距離で配置された前記双ロールに対して前記溶湯を接触させ、それによって前記溶湯を急冷し、過冷却液体状態の急冷合金を前記双ロールの間から排出する。

【0010】前記溶湯の急冷を70kPa以下の雰囲気圧下で行なうことが好ましい。

【0011】前記双ロールの回転表面速度を表面速度1m/秒以上8m/秒未満とすることが好ましい。

【0012】本発明による薄板状磁石合金の製造方法は、上記いずれかの急冷凝固合金の製造方法によって作製された急冷合金を用意する工程と、前記急冷合金に熱処理を施すことにより、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物、鉄、および鉄系ホウ化物相の平均結晶粒径を1nm以上150nm未満とする工程とを含む。

【0013】前記熱処理工程で、前記急冷合金を550℃以上850℃以下の温度で30秒以上保持することが好ましい。

【0014】本発明による薄板状磁石合金は、組成式が $(\text{Fe}_{1-x}\text{T}_x)_{100-x-y-z}\text{Q}_x\text{R}_y\text{M}_z$ （TはCoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素、QはBお

よびCからなる群から選択された1種以上の元素、RはY（イットリウム）および希土類金属からなる群から選択された1種以上の元素、Mは、Al、Si、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ga、Zr、Nb、Mo、Ag、Hf、Ta、W、Pt、Au、およびPbからなる群から選択された1種以上の元素）で表現され、組成比率x、y、z、およびmが、それぞれ、

10  $0 \leq x \leq 30$  原子%、

2  $2 \leq y \leq 15$  原子%、

0  $0 \leq z \leq 10$  原子%、および

0  $0 \leq m \leq 0.5$ 、

を満足する薄板状磁石合金であって、前記磁石合金の平均厚さは100 $\mu$ m以上300 $\mu$ m未満であり、構成相として、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物、鉄、および鉄系ホウ化物を含み、前記構成相の平均結晶粒径が1nm以上150nm未満である。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明者は、後述する組成を有する合金の溶湯を双ロール法によって急冷し、厚さが100～300 $\mu$ mの薄板状磁石合金を作製する種々の試みを行なった。双ロール法は、2つの冷却ロールをほぼ密着させた状態で回転させ、2つのロール間で合金溶湯を両側から冷却する技術である。

【0016】本発明では、得られた急冷合金に対して、必要に応じて熱処理を施すことによって結晶化を行ない、最終的には、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物、鉄、および鉄系ホウ化物を構成相とする微細結晶組織を形成する。磁石中の各構成相の平均結晶粒径は、1nm以上150nm未満であり、硬磁性相である $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物と他の軟磁性相とが交換相互作用によって結合したナノコンポジット磁石が得られる。

【0017】本発明者の実験によると、従来の双ロール法を用いた場合、ナノコンポジット磁石の性能向上に必要な均一微細な組織を持つ急冷合金を作製することができなかった。そこで、本発明者は、ロール間距離を従来値よりも拡大し、しかも、適切な範囲に維持することで、過冷却状態の合金を双ロール間から排出させ、それによって優れた磁石特性を発揮する板状磁石合金の製造が可能になることを見出し、本発明を想到するに至った。

【0018】本発明では、まず、組成式が $(\text{Fe}_{1-x}\text{T}_x)_{100-x-y-z}\text{Q}_x\text{R}_y\text{M}_z$ で表現される合金の溶湯を用意する。ここで、TはCoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素、QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素、RはY（イットリウム）および希土類金属からなる群から選択された1種以上の元素、Mは、Al、Si、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ga、Zr、Nb、Mo、Ag、Hf、Ta、W、Pt、Au、およびPbからなる群から選択された1種以上の元素である。組成比率x、y、z、および

び $m$ は、それぞれ、 $10 \leq x \leq 30$ 原子%、 $2 \leq y \leq 15$ 原子%、 $0 \leq z \leq 10$ 原子%、および $0 \leq m \leq 0.5$ を満足する。

【0019】本発明では、このような合金の溶湯を双ロール液体急冷法によって凝固させ、厚さ $100 \mu\text{m}$ 以上 $300 \mu\text{m}$ 未満の急冷合金を作製する。その際、ロール間距離を $0.01 \text{ mm}$ 以上 $0.2 \text{ mm}$ 未満に設定したうえで、上記合金溶湯を双ロールに接触させることにより冷却し、過冷却液体状態の急冷合金を形成する。過冷却状態にある急冷合金は、双ロールの間から排出され、更に冷却された後、完全に凝固する。

【0020】過冷却状態にある合金は、一種の金属ガラスであるが、本明細書で使用する「過冷却状態」の合金とは、「ガラス転移点（ガラス転移温度またはガラス化遷移温度） $T_g$ を持つ合金であって、合金温度がガラス転移点 $T_g$ よりも高く、非晶質の状態にある合金」を意味するものとする。

【0021】以下、図1を参照しながら、本発明で好適に用いられる双ロール液体急冷装置を説明する。図1に示される装置は、合金溶湯1をヒータ（高周波誘導加熱コイル）2によって加熱しながら放出するノズル3と、合金溶湯1を冷却するための一対の急冷ロール4とを備えている。ロール間距離、ロール回転速度、および急冷雰囲気圧力を適切な範囲に調節することにより、過冷却状態の急冷合金5をロール間から適切な状態で排出することができる。この過冷却状態の急冷合金5を更に不図示のロールなどを用いて塑性変形すれば、急冷合金を様々な形状に加工することも可能である。また、過冷却状態の急冷合金5を圧延することにより、塑性変形を行えば、塑性変形の過程で結晶化を進行させることができる。この結晶化が適切に進行するように圧延条件を選択すれば、 $R_2\text{Fe}_{1-x}\text{B}_x$ 型化合物を異方化することができるので、優れた硬磁気特性を持つ異方性磁石の製造も可能になる。

【0022】合金溶湯1の冷却は、 $70 \text{ kPa}$ 以下の雰囲気圧下で行なうことが好ましい。急冷雰囲気が $70 \text{ kPa}$ 以上になると、合金溶湯1と冷却ロール4との間に巻き込まれる雰囲気ガスの影響が大きくなるため、合金溶湯1と冷却ロール4との密着性が低下し、ロール4による十分な冷却が達成されなくなる。その結果、 $150 \text{ nm}$ 以上の粗大な $\alpha\text{-Fe}$ が急冷合金中に析出し、良好な硬磁気特性が得られなくなる。

【0023】冷却ロール4の材質は、熱伝導度の点からアルミニウム合金、純銅および銅合金、鉄および鉄合金、真鍮、タングステン、青銅あるいはクロム鍍金を施した前述材質のロールを採用できる。機械的強度、表面硬度および経済性の観点からは、炭素鋼が好ましい。

【0024】冷却ロール4の表面形状は急冷合金5の表面に転写されるため、ロール表面の粗度は、中心線粗さ $R_a \leq 0.8 \mu\text{m}$ 、最大高さ $R_{\text{max}} \leq 3.2 \mu\text{m}$ 、1

0点の平均粗さ $R_z \leq 3.2 \mu\text{m}$ であることが好ましい。

【0025】なお、ロール4の材質として炭素鋼を選んだ場合、ロール表面速度が $1 \text{ m/s}$ を下回ると、十分な溶湯冷却が得られず、 $150 \text{ nm}$ 以上の粗大な $\alpha\text{-Fe}$ が急冷合金中に析出するため好ましくない。また、ロール表面速度が $8 \text{ m/s}$ を超えると、溶湯がロールに巻き付くため溶湯急冷が行えない。従って、ロール表面速度は $1 \text{ m/s}$ 以上 $8 \text{ m/s}$ 以下の範囲内にあることが好ましい。ロール表面速度のより好ましい範囲は $2 \text{ m/s}$ 以上 $7 \text{ m/s}$ 以下である。

【0026】双ロール間距離は、前述したように、溶湯の冷却状態に大きく影響する。ロール間距離が $0.01 \text{ mm}$ 以下の場合、溶湯冷却が双ロールの最近接部で完了するため、双ロール間から急冷合金が排出されなくなってしまう。逆に、 $0.2 \text{ mm}$ 以上になると、溶湯が冷却ロールに触れることなく双ロール間をすり抜けるため、溶湯が冷却されない。以上から、双ロール間距離は $0.01 \text{ mm} \sim 0.2 \text{ mm}$ が好ましい。ロール間距離の更に好ましい範囲は、 $0.03 \sim 0.15 \text{ mm}$ である。なお、本発明では、過冷却状態の合金（金属ガラス）がロール間を通過するため、冷却ロールと合金との間に大きな圧力が生じることはない。

【0027】図示されている例におけるノズル3の先端位置は、ロール間の中心位置から一対のロールの一方側に数 $\text{mm}$ 程度はシフトしている。その結果、ノズル3から出た合金溶湯1は、一方のロールと接触し、その後、ロール間で湯溜まり（パドル）を形成する。ノズル3の先端位置をロール間中心に一致させると、ノズル3から出た溶湯1がロールに接触することなく、ロール間隔をすり抜けるため、溶湯の急速冷却を実行できなくなる。このため、ノズル3の先端位置は、ロール間の中心位置から一方のロール側にシフトしていることが好ましい。

【0028】急冷合金5が完全に凝固した段階で、アモルファス組織、または、アモルファスと微細結晶とが混在する組織を有する場合は、急冷合金5に対して結晶化のための熱処理を行なう必要がある。このような熱処理の温度は $550^\circ\text{C} \sim 850^\circ\text{C}$ の範囲にあることが好ましく、 $600^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ の範囲内にあることが更に好ましい。熱処理温度が $550^\circ\text{C}$ を下回ると、保磁力の発現に必要な $R_2\text{Fe}_{1-x}\text{B}_x$ 型化合物が十分に析出せず、永久磁石特性が発揮されない。また、熱処理温度が $850^\circ\text{C}$ を超えると、 $R_1\text{Fe}_2\text{B}_3$ 型化合物などの平衡相が析出するため、硬磁気特性が得られない。熱処理雰囲気は、合金の酸化を防止するため、 $50 \text{ kPa}$ 以下の $\text{Ar}$ ガスや $\text{N}_2$ ガスなどの不活性ガスが好ましい。 $0.1 \text{ kPa}$ 以下の真空中で熱処理を行っても良い。

【0029】熱処理前の急冷合金中には、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物相やアモルファス相以外に、 $\text{Fe}_2\text{B}$ 相、 $\text{Fe}_3\text{B}$ 相、および $R_2\text{Fe}_{14}\text{B}_3$ 相等の準安定相が含まれ

ていても良い。その場合、熱処理によって、 $R_2Fe_{11}B_2$ 相は消失し、 $R_2Fe_{11}B$ 相の飽和磁化と同等、または、それよりも高い飽和磁化を示す鉄基硼化物（例えば  $Fe_{11}B_2$ ）や  $\alpha-Fe$  を結晶成長させることができる。また、最終的に  $\alpha-Fe$  のような軟磁性相が存在していても、軟磁性相と硬磁性相とが交換相互作用によって磁氣的に結合するため、優れた磁気特性が発揮される。

【0030】本発明による薄板状磁石合金の金属組織は、平均結晶粒径が  $1\text{ nm} \sim 150\text{ nm}$  の鉄および鉄基ホウ化物の軟磁性相と、平均結晶粒径  $1\text{ nm} \sim 150\text{ nm}$  の  $R_2Fe_{11}B$  型結晶構造を有する硬磁性化合物相が混在するナノコンポジット構造を有しており、硬磁性化合物相は異方化している。各構成相の平均結晶粒径が  $150\text{ nm}$  を超えると、各粒子間の交換結合が弱まり、硬磁性相と軟磁性相が磁氣的に分離するため、減磁曲線が二段になるので好ましくない。平均結晶粒径は小さいほど好ましいが、 $1\text{ nm}$  未満の平均結晶粒径を得再現性良く得ることは工業生産上困難である。

【0031】本発明の薄板状磁石は、超音波加工法などによって所定の形状（例えば直径  $3\text{ mm}$ 、厚さ  $250\text{ }\mu\text{ m}$ ）に打ちぬき加工することが可能である。本発明による薄板状磁石は、その平均厚さが  $150 \sim 300\text{ }\mu\text{ m}$  であり、また、幅も数  $\text{mm}$  以上ある（例えば  $8 \sim 10\text{ mm}$ ）ため、従来の焼結磁石やボンド磁石では実現できなかった微小薄肉磁石を提供することが可能になる。

【0032】このような薄板状磁石を量産するためには、急冷合金の厚さを均一かつ平坦にする必要がある。双ロール法の場合は、単ロール法に比べて、急冷合金を厚く、かつ均一に形成しやすい。しかし、双ロール法による場合でも、冷却ロールが熱膨張すると、双ロール間距離が変化するため、急冷合金の厚さが変動してしまう可能性がある。これを防止するためには、冷却ロール内に水冷装置などを設けるなどして、熱膨張によるロール間距離の変動を抑制することが好ましい。

【0033】本発明によれば、急冷合金を粉砕して磁石合金の粉末を作製する工程、および磁石合金粉末を成形する工程が不要となる。

【0034】【組成の限定理由】 $R$ は、希土類元素（イットリウムを含む）の群から選択された1種以上の元素である。より具体的には、 $R$ は、 $Pr$ または $Nd$ を必須元素として含むことが好ましく、その必須元素の一部を $Dy$ および/または $Tb$ で置換してもよい。 $R$ の組成比率 $y$ が全体の2原子%を下回ると、保磁力の発現に必要な $R_2Fe_{11}B$ 型結晶構造を有する化合物相が十分に析出しなくなる。また、 $R$ の組成比率 $y$ が15原子%を超えると、強磁性を有する鉄基硼化物や $\alpha-Fe$ の存在量

が低下し、これらが残留磁束密度 $B_r$ の向上に寄与しなくなる。故に、希土類元素 $R$ の組成比率 $y$ は2原子%以上15原子%以下の範囲に調節することが好ましく、3原子%以上10原子%未満であることがより好ましく、4原子%以上9.2原子%以下であることが更に好ましい。

【0035】 $Q$ は、その全量が $B$ （ホウ素）から構成されるか、または、 $B$ および $C$ （炭素）の組み合わせもしくは $C$ 単独から構成される。 $Q$ の組成比率 $x$ が10原子%を下回ると、双ロール法で過冷却状態のまま合金を排出することができず、平滑性の高い急冷合金が得られない。一方、 $Q$ の組成比率 $x$ が30原子%を超えると、 $R_2Fe_{11}B$ 型化合物相が析出せず、硬磁気特性が得られない。以上のことから、 $Q$ の組成比率 $x$ は10原子%以上、30原子%以下となるように設定することが好ましい。 $Q$ の組成比率 $x$ の更に好ましい範囲は、10原子%以上20原子%以下であり、更にさらに好ましい範囲は10.5原子%以上20原子%以下である。

【0036】 $Fe$ は、上述の元素の含有残余を占めるが、 $Fe$ の一部を $Co$ および $Ni$ の一種または二種の遷移金属元素 $T$ で置換しても所望の硬磁気特性を得ることができる。 $Fe$ に対する $T$ の置換量 $m$ が50%を超えると、高い残留磁束密度 $B_r$ が得られない。このため、置換量 $m$ は0%以上50%以下の範囲に限定することが好ましい。なお、 $Fe$ の一部を $Co$ で置換することによって、減磁曲線の角形性が向上するとともに、 $R_2Fe_{11}B$ 相のキュリー温度が上昇するため、耐熱性が向上する。 $Co$ による $Fe$ 置換量の好ましい範囲は、0.5%以上15%以下である。

【0037】 $M$ は、 $Al$ 、 $Si$ 、 $Ti$ 、 $V$ 、 $Cr$ 、 $Mn$ 、 $Cu$ 、 $Zn$ 、 $Ga$ 、 $Zr$ 、 $Nb$ 、 $Mo$ 、 $Ag$ 、 $Hf$ 、 $Ta$ 、 $W$ 、 $Pt$ 、 $Au$ 、 $Pb$ の1種または2種以上の元素である。元素 $M$ を添加することにより、磁気特性が向上するだけでなく、最適熱処理温度域を拡大する効果が得られる。元素 $M$ の添加量 $z$ が10原子%を超えると、磁化の低下を招くため、 $z$ は0原子%～10原子%の範囲にあることが好ましい。 $z$ の更に好ましい範囲は、0.1原子%～5原子%である。

【0038】

【実施例】本実施例では、下記の表1に示す合金組成となるように配合した原料30gを溶融し、図1に示す双ロール装置で急冷した。具体的には、底部に直径1.0mmのオリフィスを有する透明石英製ノズル3内に原料を入れ、高周波誘導加熱コイル2で原料を加熱し、溶融した。

【0039】

【表1】

		合金組成 (at%)				急冷雰囲気 気圧 (kPa)	ロール間 距離 (mm)	ロール表 面速度 (m/s)
		Fe	B	R	M			
実施例	1	Fe78+Co1	18.5	Nd4.5	-	28.0	0.08	3.1
	2	Fe71+Co3	18.5	Nd4.5	Cr3	41.3	0.07	3.0
	3	Fe73+Co3	18.5	Nd3.5+Dy1	Ga1	54.6	0.05	4.5
	4	Fe87.5+Co5	17	Nd5.5	Cr5	13.0	0.06	3.0
	5	Fe79.3	10.5	Nd8.2	Ti2	1.3	0.03	2.5
	6	Fe72.3+Co5	11	Nd8.7	Ti3	30.0	0.10	5.3
	7	Fe70.2+Co3	14	Nd8.8	Ti4	40.0	0.07	4.5

【0040】その後、表1に示す急冷雰囲気気圧のもと、30 kPaの噴射圧力にてノズル3から合金溶湯1を流下させ、回転する二つの炭素鋼製急冷ロール（直径150 mm）4の間で急冷し、急冷合金5を作製した。ロール間距離およびロール表面速度は、表1に示す通りである。

\*【0041】こうして得られた急冷合金の厚さ、幅、および長さを以下の表2に示す。表2には、結晶化熱処理後の磁気特性も示している。

【0042】

【表2】

\*

		(BH) <sub>max</sub> (kJ/m <sup>3</sup> )	B <sub>r</sub> (T)	H <sub>cj</sub> (kA/m)	厚み (μm)	幅 (mm)	長さ (mm)
実施例	1	92	1.10	270	150	7	427
	2	101	1.05	380	200	10	187
	3	128	1.08	400	170	8	116
	4	85	0.82	600	145	11	380
	5	131	0.95	600	110	32	172
	6	122	0.86	875	254	18	123
	7	110	0.80	1115	195	9	220

【0043】得られた薄板状磁石の構成相を粉末X線回折により調査したところ、試料No1～3は、Fe<sub>2</sub>BとNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>Bの混合組織（Fe<sub>2</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B）を有していることがわかった。試料No4は、α-FeとNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>Bの組織（α-Fe/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B）を有していた。試料No5～7は、Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B、Fe<sub>2</sub>B<sub>6</sub>、およびα-Feが混在する合金組織（Fe<sub>2</sub>B<sub>6</sub>/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/α-Fe）を有していた。なお、透過型電子顕微鏡によって各試料の結晶サイズを観察したところ、何れの試料でも平均結晶粒径は100 nm以下であり、ナノコンポジット磁石が作製されていた。

【0044】本発明によるFe<sub>2</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B系磁石の特性を、他の種類の磁石特性とともに図2に示す。図2の縦軸は残留磁束密度B<sub>r</sub>（単位：T（テスラ））であり、横軸は保磁力H<sub>cj</sub>（単位：MA/m）である。図2からわかるように、本発明によれば、焼結磁石（商品名NEOMAX）と同レベルの残留磁束密度B<sub>r</sub>を持つ超小型磁石が得られる。

【0045】

【発明の効果】本発明によれば、双ロール間距離を適切な範囲に設定することで過冷却状態の合金を双ロール間

から排出させ、それによって優れた磁石特性を発揮する板状磁石合金の製造が可能になる。本発明による薄板状磁石合金は、切削や研磨加工を施さない状態での平均厚さが100 μm～300 μmであり、しかも、樹脂などを含まないフルデンス磁石である。このため、本発明の薄板状磁石は、超小型ステッピングモータのロータや、携帯電話の振動呼び出し機構に用いられる永久磁石として最適である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明で用いる双ロール液体急冷装置の構成例を示す断面図である。

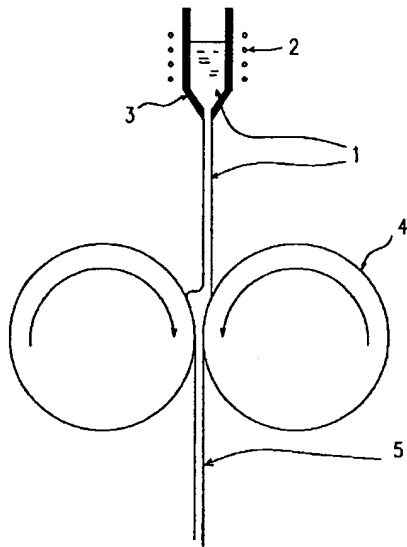
【図2】本発明によるFe<sub>2</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B系磁石の特性、および他の種類の磁石特性を示すグラフである。縦軸は残留磁束密度B<sub>r</sub>（単位：T）、横軸は保磁力H<sub>cj</sub>（単位：MA/m）を示す。

【符号の説明】

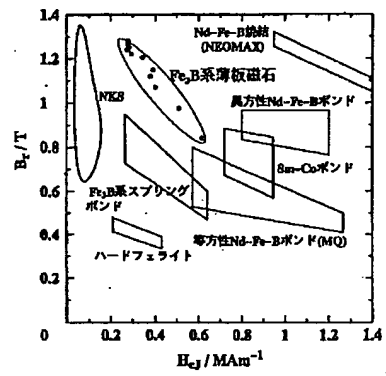
- 1 合金溶湯
- 2 高周波コイル
- 3 ノズル
- 4 冷却ロール
- 5 急冷合金



【図1】



【図2】



\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] an empirical formula --  $100(\text{Fe}_{1-m}\text{Tm})_{-x-y-z}\text{QxRyMz}$  (one or more sorts of elements chosen from the group which T becomes from Co and nickel --) One or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C, one or more sorts of elements chosen from the group which R becomes from Y (yttrium) and a rare earth metal, and M aluminum, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, It is expressed by one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au, and Pb. The process for which the presentation ratio  $x$ , and  $y$ ,  $z$  and  $m$  prepare the molten metal of an alloy which satisfies  $10 \leq x \leq 30$  atom %,  $2 \leq y \leq 15$  atom %,  $0 \leq z \leq 10$  atom %, and  $0 \leq m \leq 0.5$ , respectively, The manufacture approach of a rapid solidification alloy including the process which is made to solidify said molten metal with a congruence chill roll method, and produces a with a 100-micrometer or more thickness [ less than 300 micrometer ] quenching alloy.

[Claim 2] The manufacture approach of the quenching alloy according to claim 1 characterized by contacting said molten metal at the process which produces said alloy quenching alloy to said congruence roll arranged in the distance between rolls of 0.01mm or more less than 0.2mm, quenching said molten metal by it, and discharging the quenching alloy of a supercooled liquid condition from between said congruence rolls.

[Claim 3] The manufacture approach of the quenching alloy according to claim 1 or 2 characterized by performing quenching of said molten metal under the ambient pressure of 70 or less kPas.

[Claim 4] The manufacture approach of a quenching alloy given in either of claims 1-3 which make rotation surface velocity of said congruence roll the surface velocity of 1m /or more less than 8m/second a second.

[Claim 5] The manufacture approach of the sheet metal-like magnet alloy which includes the process which sets an  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold compound, iron, and the diameter of average crystal grain of an iron system boride phase

to 1nm or more less than 150nm the process which prepares the quenching alloy produced by the manufacture approach of the rapid solidification alloy a publication by either of claims 1-4, and by heat-treating into said quenching alloy.

[Claim 6] The manufacture approach of the sheet metal-like magnet alloy according to claim 5 characterized by holding said quenching alloy 30 seconds or more at 550-degree-C or more temperature of 850 degrees C or less by said heat treatment process.

[Claim 7] an empirical formula --  $100(\text{Fe}_{1-m}\text{Tm})_{-x-y-z}\text{QxRyMz}$  (one or more sorts of elements chosen from the group which T becomes from Co and nickel --) One or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C, one or more sorts of elements chosen from the group which R becomes from Y (yttrium) and a rare earth metal, and M aluminum, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, It is expressed by one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au, and Pb. The presentation ratio x, and y, z and m, respectively  $10 \leq x \leq 30$  atom %,  $2 \leq y \leq 15$  atom %,  $0 \leq z \leq 10$  atom %, and the sheet metal-like magnet alloy with which are satisfied of  $0 \leq m \leq 0.5$ , and the average thickness of said magnet alloy is 100 micrometers or more less than 300 micrometers. As a configuration phase The sheet metal-like magnet alloy whose diameter of average crystal grain of said configuration phase is 1nm or more less than 150nm including an  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold compound, iron, and an iron system boride.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the sheet metal-like

magnet alloy which may be used for Rota of the micro stepping motor used for a wrist watch etc., the oscillating call device of a cellular phone, a magnetic scale, etc., and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] Much more high-performance-izing and small lightweight-ization are demanded of the permanent magnet used for current, the device for household electric appliances, OA equipment, electronic autoparts, etc. In order to have produced the micro magnet suitable for such an application, after producing the rare earth sintered magnet which has larger size, the sintered magnet was cut and cut to smaller size, or the rare earth bond magnet needed to be fabricated small and needed to be produced.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, although the engine performance is excellent, since there are many production processes, the sintered magnet produced using cutting or a cutting method has the fault that a price is high. Moreover, in the case of a sintered magnet, it is very difficult to miniaturize the thickness of a final magnet product in about 200 micrometers or less from the limitation of a processing technique.

[0004] On the other hand, in the case of the bond magnet, the diameter of 3mm and the about [ thickness 300micrometer ] flat magnet are put in practical use as a permanent magnet for small stepping motors for wrist watches. Since manufacture of a bond magnet is usually performed by \*\*\*\*\* (ing) magnetic powder with a particle size of 50 micrometers - about 300 micrometers with resin, it is difficult to make thickness of a bond magnet thinner than 300 micrometers. Moreover, the percentage (magnetic powder filling factor) of the magnetic powder contained in a bond magnet is about 80%. For this reason, it does not pass over the residual magnetization of a bond magnet to about 80% of the residual magnetization which magnetic powder originally has.

[0005] JP, 10-317109, A is indicating the production approach of a permanent magnet of having 10-micrometer or more thickness of 100 micrometers or less using a single chill roll method. According to this approach, a thin magnet alloy with a thickness of 100 micrometers or less is producible, and since the magnet alloy produced is a full DENSU magnet which does not contain a resinous principle, it demonstrates the high engine performance.

[0006] However, when it was going to produce a sheet metal-like magnet alloy which exceeds 100 micrometers in thickness by the above-mentioned approach, there was a problem that a quenching alloy with a homogeneity

fine crystal organization (100nm or less of diameters of average crystal grain) required in order to make good hard magnetic property discover was unproducible.

[0007] This invention is to set to 100 micrometers - 300 micrometers the average thickness in the condition that the place which it is made in view of the above-mentioned situation, and is made into the purpose performs neither cutting nor polish processing, and offer the full DENSU magnet of the high performance which moreover does not contain resin etc.

[0008]

[Means for Solving the Problem] the manufacture approach of the rapid solidification alloy by this invention -- an empirical formula --  $100(\text{Fe}1-\text{mTm})-\text{x}-\text{y}-\text{zQxRyMz}$  (one or more sorts of elements chosen from the group which T becomes from Co and nickel --) One or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C, one or more sorts of elements chosen from the group which R becomes from Y (yttrium) and a rare earth metal, and M aluminum, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, It is expressed by one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au, and Pb. The process for which the presentation ratio x, and y, z and m prepare the molten metal of an alloy which satisfies  $10 \leq x \leq 30$  atom %,  $2 \leq y \leq 15$  atom %,  $0 \leq z \leq 10$  atom %, and  $0 \leq m \leq 0.5$ , respectively, Said molten metal is made to solidify with a congruence chill roll method, and the process which produces a with a 100-micrometer or more thickness [ less than 300 micrometer ] quenching alloy is included.

[0009] In a desirable operation gestalt, the process which produces said alloy quenching alloy contacts said molten metal to said congruence roll arranged in the distance between rolls of 0.01mm or more less than 0.2mm, by it, quenches said molten metal and discharges the quenching alloy of a supercooled liquid condition from between said congruence rolls.

[0010] It is desirable to perform quenching of said molten metal under the ambient pressure of 70 or less kPas.

[0011] It is desirable to make rotation surface velocity of said congruence roll into the surface velocity of 1m /or more less than 8m/second a second.

[0012] The manufacture approach of the sheet metal-like magnet alloy by this invention includes the process which prepares the quenching alloy produced by the manufacture approach of the rapid solidification alloy one of the above, and the process which sets an R2Fe14B mold compound, iron, and the diameter of average crystal grain of an iron system boride phase to 1nm or more less than 150nm by heat-treating into said quenching alloy.

[0013] It is desirable to hold said quenching alloy 30 seconds or more by said heat treatment process at 550-degree-C or more temperature of 850 degrees C or less.

[0014] the sheet metal-like magnet alloy by this invention -- an empirical formula --  $100(\text{Fe}_1\text{-mTm})\text{-x-y-zQxRyMz}$  (one or more sorts of elements chosen from the group which T becomes from Co and nickel --) One or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C, one or more sorts of elements chosen from the group which R becomes from Y (yttrium) and a rare earth metal, and M aluminum, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, It is expressed by one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au, and Pb. The presentation ratio x, and y, z and m, respectively  $10 \leq x \leq 30$  atom %,  $2 \leq y \leq 15$  atom %,  $0 \leq z \leq 10$  atom %, and the sheet metal-like magnet alloy with which are satisfied of  $0 \leq m \leq 0.5$ , and the average thickness of said magnet alloy is 100 micrometers or more less than 300 micrometers. As a configuration phase The diameter of average crystal grain of said configuration phase is 1nm or more less than 150nm including an  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold compound, iron, and an iron system boride.

[0015]

[Embodiment of the Invention] this invention person quenched the molten metal of an alloy which has the presentation mentioned later by the congruence rolling method, and performed the various attempts which produce the sheet metal-like magnet alloy whose thickness is 100-300 micrometers. The congruence rolling method is a technique which is rotated where two cooling rollers are stuck mostly, and cools an alloy molten metal from both sides between two rolls.

[0016] In this invention, it crystallizes by heat-treating if needed to the obtained quenching alloy, and, finally the fine crystal organization which makes a configuration phase an  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold compound, iron, and an iron system boride is formed. The diameter of average crystal grain of each configuration phase in a magnet is 1nm or more less than 150nm, and the nano composite magnet which the  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold compound which is a hard magnetism phase, and other soft magnetism phases combined by the exchange interaction is obtained.

[0017] According to the experiment of this invention person, when the conventional congruence rolling method was used, a quenching alloy with a uniform detailed organization required for the improvement in the engine performance of a nano composite magnet was not able to be produced. then, the thing for which manufacture of the tabular magnet alloy which demonstrates the magnet property which this invention person expanded the distance between rolls rather than the value conventionally,

is maintaining in the suitable range moreover, made discharge the alloy of a supercooling condition from between congruence rolls, and was excellent with it is attained -- it came to hit things on an idea of a header and this invention.

[0018] In this invention, an empirical formula prepares first the molten metal of the alloy expressed by  $100(\text{Fe}1-\text{mTm})-\text{x}-\text{y}-\text{zQxRyMz}$ . One or more sorts of elements chosen from the group which T becomes from Co and nickel here, One or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C, one or more sorts of elements chosen from the group which R becomes from Y (yttrium) and a rare earth metal, and M They are one or more sorts of elements chosen from the group which consists of aluminum, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au, and Pb. The presentation ratio x, and y, z and m satisfy  $10 \leq x \leq 30$  atom %,  $2 \leq y \leq 15$  atom %,  $0 \leq z \leq 10$  atom %, and  $0 \leq m \leq 0.5$ , respectively.

[0019] In this invention, the molten metal of such an alloy is made to solidify with a congruence roll melt quenching method, and a with a 100-micrometer or more thickness [ less than 300 micrometer ] quenching alloy is produced. After setting the distance between rolls as 0.01mm or more less than 0.2mm at that time, it cools by contacting the above-mentioned alloy molten metal on a congruence roll, and the quenching alloy of a supercooled liquid condition is formed. The quenching alloy in a supercooling condition is completely solidified, after being discharged from between congruence rolls and cooled further.

[0020] Although the alloy in a supercooling condition is a kind of metallic glass, the alloy in the "supercooling condition" of using it on these specifications shall mean "the alloy which it is an alloy with a glass transition point (glass transition temperature or vitrification transition temperature)  $T_g$ , and whose alloy temperature is higher than a glass transition point  $T_g$ , and is in an amorphous condition."

[0021] Hereafter, the congruence roll liquid quenching equipment suitably used by this invention is explained, referring to drawing 1 . The equipment shown in drawing 1 is equipped with the nozzle 3 emitted while heating the alloy molten metal 1 at a heater (high-frequency-induction-heating coil) 2, and the quenching roll 4 of the pair for cooling the alloy molten metal 1. The quenching alloy 5 of a supercooling condition can be discharged in the suitable condition from between rolls by adjusting the distance between rolls, roll rotational speed, and the quenching ambient pressure force in the suitable range. If the quenching alloy 5 of this supercooling condition is further deformed plastically using a non-illustrated roll etc., it is also

possible to process a quenching alloy into various configurations. Moreover, if plastic deformation is performed by rolling out the quenching alloy 5 of a supercooling condition, crystallization can be advanced in process of plastic deformation. If a rolled bar affair is chosen so that this crystallization may advance appropriately, since an  $R2Fe14B$  mold compound can be formed into the different direction, manufacture of an anisotropic magnet with the outstanding hard magnetic property is also attained.

[0022] It is desirable to perform cooling of the alloy molten metal 1 under the ambient pressure of 70 or less kPas. If a quenching ambient atmosphere is set to 70 or more kPas, since the effect of the controlled atmosphere involved in between the alloy molten metal 1 and a cooling roller 4 will become large, the adhesion of the alloy molten metal 1 and a cooling roller 4 falls, and sufficient cooling with a roll 4 is no longer attained. Consequently, big and rough  $\alpha\text{-Fe}$  150nm or more deposits in a quenching alloy, and good hard magnetic property is no longer obtained.

[0023] The roll of the above-mentioned quality of the material which gave an aluminium alloy, a pure copper and a copper alloy, iron and an iron alloy, brass, a tungsten, bronze, or chromium plating can be used for the quality of the material of a cooling roller 4 from the point of thermal conductivity. From a viewpoint of a mechanical strength, surface hardness, and economical efficiency, carbon steel is desirable.

[0024] Since the shape of surface type of a cooling roller 4 is imprinted by the front face of the quenching alloy 5, as for the roughness of a roll surface, it is desirable that they are center line granularity  $Ra \leq 0.8\text{micrometer}$ , maximum height  $R_{max} \leq 3.2\text{micrometer}$ , and average thinness  $Rz \leq 3.2\text{micrometer}$  of ten points.

[0025] In addition, if roll surface velocity is less than a second in 1m /when carbon steel is chosen as the quality of the material of a roll 4, since sufficient molten metal cooling is not obtained but big and rough  $\alpha\text{-Fe}$  150nm or more deposits in a quenching alloy, it is not desirable. Moreover, if roll surface velocity exceeds a second in 8m /, since a molten metal coils around a roll, molten metal quenching cannot be performed. Therefore, as for roll surface velocity, it is desirable that it is within the limits of 1m /or more 8m/second or less a second. The more desirable range of roll surface velocity is 2m/second or more 7m/second or less.

[0026] The distance between congruence rolls influences the cooling condition of a molten metal greatly, as mentioned above. Since molten metal cooling is completed in the maximum contiguity section of a



congruence roll when the distance between rolls is 0.01mm or less, a quenching alloy is no longer discharged from between congruence rolls. On the contrary, a molten metal is not cooled in order to pass through between congruence rolls, without a molten metal touching a cooling roller, if set to 0.2mm or more. As mentioned above, the distance between congruence rolls has 0.01mm - 0.2 desirable mm. The still more desirable range of the distance between rolls is 0.03-0.15mm. In addition, in this invention, in order to pass through between rolls of the alloy (metallic glass) of a supercooling condition, a big pressure does not arise between a cooling roller and an alloy.

[0027] The tip location of the nozzle 3 in the example currently illustrated is shifted from the center position during a roll to the one side of the roll of a pair about several mm. Consequently, the alloy molten metal 1 which came out of the nozzle 3 contacts one roll, and forms a hearth (paddle) between rolls after that. In order to pass through roll spacing, without the molten metal 1 which came out of the tip location of a nozzle 3 from the nozzle 3 when the roll period alignment was made in agreement contacting a roll, it becomes impossible to perform forced cooling of a molten metal. For this reason, as for the tip location of a nozzle 3, it is desirable to have shifted from the center position during a roll to one roll side.

[0028] In the phase which the quenching alloy 5 solidified completely, to have an amorphous organization or the organization where a fine crystal is intermingled as it is amorphous, it is necessary to perform heat treatment for crystallization to the quenching alloy 5. As for the temperature of such heat treatment, it is desirable that it is in the range of 550 degrees C - 850 degrees C, and it is still more desirable that it is in within the limits which is 600 degrees C - 800 degrees C. If heat treatment temperature is less than 550 degrees, an R2Fe14B mold compound required for the manifestation of coercive force will not fully deposit, and a permanent magnet property will not be demonstrated. Moreover, if heat treatment temperature exceeds 850 degrees C, since balanced phases, such as an R1Fe4 B4 mold compound, deposit, hard magnetic property is not obtained. A heat treatment ambient atmosphere has desirable inert gas, such as Ar gas of 50 or less kPas, and N2 gas, in order to prevent oxidation of an alloy. 0. You may heat-treat in the vacuum of 1 or less kPa.

[0029] In the quenching alloy before heat treatment, metastable phases, such as Fe3 B phase, Fe23 B6, and an R2Fe23B three phase circuit, may be contained in addition to the Nd2Fe14B mold compound phase or the amorphous phase. In that case, by heat treatment, an R2Fe23B three phase

circuit can disappear, and can carry out crystal growth of the iron machine boride (for example,  $\text{Fe}_{23}\text{B}_6$ ) and  $\alpha\text{-Fe}$  which show the saturation magnetization of  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  phase, equivalent, or saturation magnetization higher than it. Moreover, even if a soft magnetism phase like  $\alpha\text{-Fe}$  finally exists, in order that a soft magnetism phase and a hard magnetism phase may join together magnetically by the exchange interaction, outstanding magnetic properties are demonstrated.

[0030] The metal texture of the sheet metal-like magnet alloy by this invention has the nano composite structure where the soft magnetism phase of the iron whose diameter of average crystal grain is  $1\text{nm} - 150\text{nm}$ , and an iron machine boride, and the hard magnetism compound phase which has the  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold crystal structure of  $1\text{nm} - 150\text{nm}$  of diameters of average crystal grain are intermingled, and the hard magnetism compound phase is formed into the different direction. Since the switched connection between each particle will become weaker, a hard magnetism phase and a soft magnetism phase will dissociate magnetically, and a demagnetization curve becomes two steps, it is not [ be / it / if / the diameter of average crystal grain of each configuration phase exceeds  $150\text{nm}$ , ] desirable. Although the diameter of average crystal grain is so desirable that it is small, an industrial production top is difficult for obtaining the less than  $1\text{nm}$  diameter of average crystal grain, and obtaining with sufficient repeatability.

[0031] By an ultrasonic-machining method etc., it pierces in a predetermined configuration (for example,  $250$  micrometers in the diameter of  $3\text{mm}$ , thickness), and the sheet metal-like magnet of this invention can process it. The average thickness is  $150\text{--}300$  micrometers, and, as for the sheet metal-like magnet by this invention, it enables it to offer the minute light-gage magnet which was not able to be realized with a conventional sintered magnet or a conventional bond magnet, since there is also width of face several  $\text{mm}$  or more (for example,  $8\text{--}10\text{mm}$ ).

[0032] In order to mass-produce such a sheet metal-like magnet, it is necessary to make thickness of a quenching alloy into homogeneity and flatness. Compared with the single rolling method, it is tended thickly to form a quenching alloy in homogeneity in the case of the congruence rolling method. However, since the distance between congruence rolls will change if a cooling roller carries out thermal expansion even when based on the congruence rolling method, the thickness of a quenching alloy may be changed. In order to prevent this, it is desirable to form a water cooler etc. in a cooling roller and to control fluctuation of the distance between rolls by thermal expansion.

[0033] According to this invention, the process which grinds a quenching

alloy and produces the powder of a magnet alloy, and the process which fabricates magnet alloy powder become unnecessary.

[0034] The [reasons for limitation of a presentation] R are one or more sorts of elements chosen from the group of rare earth elements (an yttrium is included). As for R, it is desirable that Pr or Nd is included as an essential element, and, more specifically, it may permute a part of the essential element by Dy and/or Tb. When the presentation ratio  $y$  of R is less than the whole 2 atom %, the compound phase which has the  $R_2Fe_{14}B$  mold crystal structure required for the manifestation of coercive force stops fully depositing. When the presentation ratio  $y$  of R exceeds 15 atom %, the iron machine boride which has ferromagnetism, and the abundance of  $\alpha$ -Fe fall, and these stop moreover, contributing to improvement in a residual magnetic flux density  $B_r$ . Therefore, as for the presentation ratio  $y$  of rare earth elements R, it is desirable to adjust in the range below 15 atom % more than 2 atom %, it is more desirable that it is under 10 atom % more than 3 atom %, and it is still more desirable that it is below 9.2 atom % more than 4 atom %.

[0035] or, as for Q, the whole quantity consists of B (boron) -- or the combination of B and C (carbon) or C -- since independent, it is constituted. If the presentation ratio  $x$  of Q is less than 10 atom %, an alloy cannot be discharged by the congruence rolling method with a supercooling condition, and the high quenching alloy of smooth nature will not be obtained. On the other hand, if the presentation ratio  $x$  of Q exceeds 30 atom %, an  $R_2Fe_{14}B$  mold compound phase will not deposit, and hard magnetic property will not be obtained. As for the presentation ratio  $x$  of Q, from the above thing, it is desirable to set up so that it may become below 30 atom % more than 10 atom %. The still more desirable range of the presentation ratio  $x$  of Q is below 20 atom % more than 10 atom %, and the further still more desirable range is below 20 atom % more than 10.5 atom %.

[0036] Although Fe occupies the content remainder of an above-mentioned element, even if it permutes a part of Fe by a kind of Co and nickel, or two sorts of transition-metals elements T, it can obtain desired hard magnetic property. If the amount  $m$  of permutations of T to Fe exceeds 50%, the high residual magnetic flux density  $B_r$  will not be obtained. For this reason, as for the amount  $m$  of permutations, it is desirable to limit to 50% or less of range 0% or more. In addition, since the Curie temperature of  $R_2Fe_{14}B$  phase rises while the square shape nature of a demagnetization curve improves by permuting a part of Fe by Co, thermal resistance improves. The range where the amount of Fe permutations by Co

is desirable is 15% or less 0.5% or more.

[0037] M is one sort or two sorts or more of elements of aluminum, Si, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au, and Pb. Magnetic properties not only improve, but by adding Element M, the effectiveness of expanding the optimal heat-treatment-temperature region is acquired. If the addition z of Element M exceeds 10 atom %, in order to cause the fall of magnetization, as for z, it is desirable that it is in the range of zero atom % - 10 atom %. The still more desirable range of z is 0.1 atoms % - pentatomic %.

[0038]

[Example] In this example, 30g of raw materials blended so that it might become the alloy presentation shown in the following table 1 was fused, and it quenched with the congruence roll equipment shown in drawing 1. The raw material was specifically paid in the nozzle 3 made from a transparence quartz which has an orifice with a diameter of 1.0mm at the pars basilaris ossis occipitalis, and the raw material was heated and fused with the high-frequency-induction-heating coil 2.

[0039]

[Table 1]

		合金組成 (at%)				急冷雰囲気 気圧 (kPa)	ロール間 距離 (mm)	ロール表 面速度 (m/s)
		Fe	B	R	M			
実 施 例	1	Fe76+Co1	18.5	Nd4.5	-	28.0	0.08	3.1
	2	Fe71+Co3	18.5	Nd4.5	Cr3	41.3	0.07	3.0
	3	Fe73+Co3	18.5	Nd3.5+Dy1	Ga1	54.6	0.05	4.5
	4	Fe67.5+Co5	17	Nd5.5	Cr5	13.0	0.06	3.0
	5	Fe79.3	10.5	Nd8.2	Ti2	1.3	0.03	2.5
	6	Fe72.3+Co5	11	Nd8.7	Ti3	30.0	0.10	5.3
	7	Fe70.2+Co3	14	Nd8.8	Ti4	40.0	0.07	4.5

[0040] Then, in the basis of the quenching ambient pressure shown in Table 1, and the injection pressure of 30kPa, it was made to flow down the alloy molten metal 1 from a nozzle 3, and it quenched between two rotating quenching rolls 4 made from carbon steel (diameter of 150mm), and the quenching alloy 5 was produced. The distance between rolls and roll surface velocity are as being shown in Table 1.

[0041] In this way, the thickness of the obtained quenching alloy, width of face, and die length are shown in the following table 2. The magnetic properties after heat-of-crystallization processing are also shown in Table 2.

[0042]

[Table 2]

		(BH) <sub>max</sub> (kJ/m <sup>3</sup> )	B <sub>r</sub> (T)	H <sub>cJ</sub> (kA/m)	厚み (μm)	幅 (mm)	長さ (mm)
実 施 例	1	92	1.10	270	150	7	427
	2	101	1.05	380	200	10	187
	3	128	1.08	400	170	8	116
	4	85	0.82	600	145	11	380
	5	131	0.95	600	110	32	172
	6	122	0.88	875	254	16	123
	7	110	0.80	1115	195	9	220

[0043] When the configuration phase of the obtained sheet metal-like magnet was investigated according to the powder X diffraction, it turned out that samples 1-No 3 have the mixed organization (Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B) of Fe<sub>3</sub>B and Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. The sample No4 had the organization (alpha-Fe/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B) of alpha-Fe and Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. Samples 5-No 7 had Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub>, and the alloy organization (Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub> / Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/alpha-Fe) where alpha-Fe is intermingled. In addition, when the crystal size of each sample was observed with the transmission electron microscope, as for the diameter of average crystal grain, any sample is 100nm or less, and the nano composite magnet was produced.

[0044] The property of the Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B system magnet by this invention is shown in drawing 2 with the magnet property of other classes. The axis of ordinate of drawing 2 is a residual magnetic flux density Br (unit: T (tesla)), and an axis of abscissa is coercive force HcJ (unit: MA/m). According to this invention, a sintered magnet (trade name NEOMAX) and a micro magnet with the residual magnetic flux density Br of this level are obtained so that drawing 2 may show.

[0045]

[Effect of the Invention] According to this invention, the alloy of a supercooling condition is made to discharge from between congruence rolls by setting the distance between congruence rolls as the suitable range, and manufacture of the tabular magnet alloy which demonstrates the magnet property which was excellent with it is attained. The average thickness in the condition of performing neither cutting nor polish processing is 100 micrometers - 300 micrometers, and, moreover, the sheet metal-like magnet alloy by this invention is a full DENSU magnet which does not contain resin etc. For this reason, the sheet metal-like magnet of this invention is the optimal as a permanent magnet used for Rota of a micro stepping motor, and the oscillating call device of a cellular phone.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the sectional view showing the example of a configuration of the congruence roll liquid quenching equipment used by this invention.

[Drawing 2] It is the graph which shows the property of the Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B system magnet by this invention, and the magnet property of other classes. An axis of ordinate shows a residual magnetic flux density Br (unit: T), and an axis of abscissa shows coercive force HcJ (unit: MA/m).

[Description of Notations]

- 1 Alloy Molten Metal
- 2 High Frequency Coil
- 3 Nozzle
- 4 Cooling Roller
- 5 Quenching Alloy

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

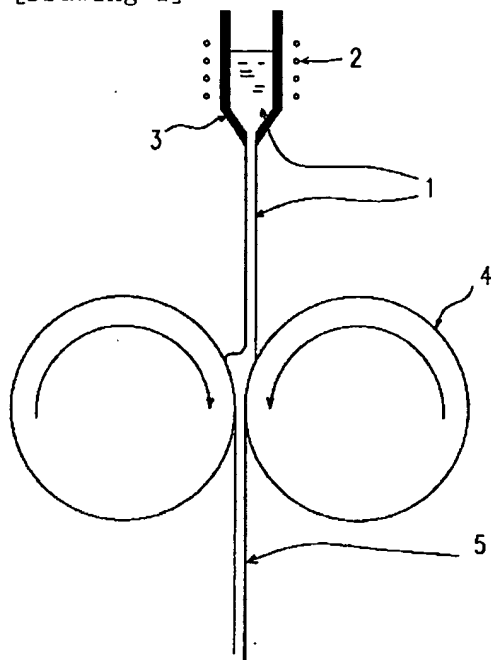
JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

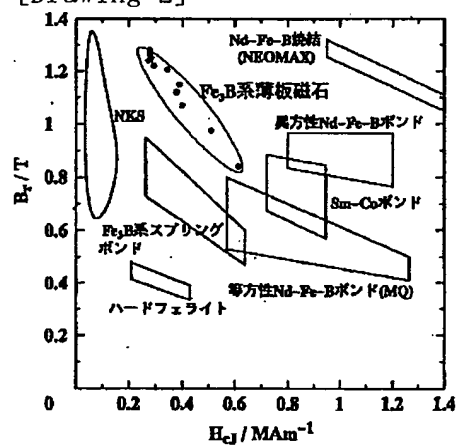
---

DRAWINGS

[Drawing 1]



[Drawing 2]



[Translation done.]